

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **07008772 A**

(43) Date of publication of application: **13 . 01 . 95**

(51) Int. Cl.

B01F 3/12
B01F 5/10
B01F 15/06

(21) Application number: **05155607**

(22) Date of filing: **25 . 06 . 93**

(71) Applicant: **NITTETSU MINING CO
LTD YOKOHAMA YUSHI KOGYO
KK EURO TEC:KK**

(72) Inventor: **AGAWA SETSUO
HISAMATSU KOJI
SUZUKI SHINKICHI
KOBAYASHI HIDEYUKI**

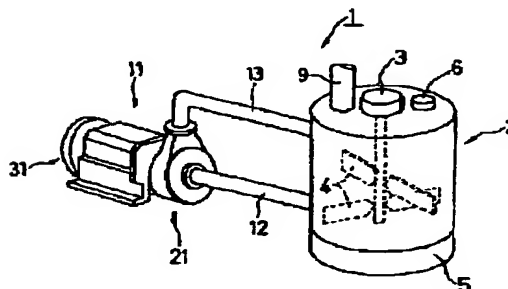
**(54) PRODUCTION DEVICE FOR WATER BASED
DISPERSION LIQUID**

(57) Abstract:

PURPOSE: To provide a production device of simple structure in which water based dispersion liquid can be produced inexpensively and in the safe working environment.

CONSTITUTION: The production device 1 for water based dispersion liquid is constituted of a pressure sealed container 2 into which water, a resin material, synthetic wax and a surface active agent for producing water based dispersion liquid are agitated and heated under the atmospheric pressure, and further agitated and heated in the closed state under pressure, and a dispersion machine 11 for crushing a mixture agitated in a pressure sealed container 2 from pre-crushed state to superfine particles. The mixture is circulated between the container 2 and the dispersion machine 11.

COPYRIGHT: (C)1995,JPO



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-008772
(43)Date of publication of application : 13.01.1995

(51)Int.Cl. B01F 3/12
B01F 5/10
B01F 15/06

(21)Application number : 05-155607

(71)Applicant : NITTETSU MINING CO LTD
YOKOHAMA YUSHI KOGYO KK
EURO TEC:KK

(22)Date of filing : 25.06.1993

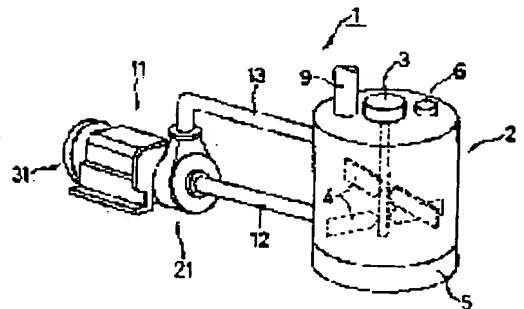
(72)Inventor : AGAWA SETSUO
HISAMATSU KOJI
SUZUKI SHINKICHI
KOBAYASHI HIDEYUKI

(54) PRODUCTION DEVICE FOR WATER BASED DISPERSION LIQUID

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a production device of simple structure in which water based dispersion liquid can be produced inexpensively and in the safe working environment.

CONSTITUTION: The production device 1 for water based dispersion liquid is constituted of a pressure sealed container 2 into which water, a resin material, synthetic wax and a surface active agent for producing water based dispersion liquid are agitated and heated under the atmospheric pressure, and further agitated and heated in the closed state under pressure, and a dispersion machine 11 for crushing a mixture agitated in a pressure sealed container 2 from pre-crushed state to superfine particles. The mixture is circulated between the container 2 and the dispersion machine 11.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-8772

(43) 公開日 平成7年(1995)1月13日

(51) Int. Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 0 1 F	3/12			
	5/10			
	15/06	Z		

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号	特願平5-155607	(71) 出願人	000227250 日鉄鉱業株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目3番2号
(22) 出願日	平成5年(1993)6月25日	(71) 出願人	592007612 横浜油脂工業株式会社 神奈川県横浜市西区南浅間町1番地の1
		(71) 出願人	593001288 株式会社ユーロテック 東京都新宿区新宿1丁目13番11号
		(72) 発明者	阿川 節雄 東京都三鷹市下連雀8丁目10番16号 日鉄 鉱業株式会社内
		(74) 代理人	弁理士 萩野 平 (外3名)

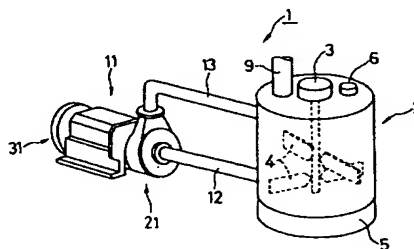
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 水系分散液の製造装置

(57) 【要約】

【目的】 構造が簡単である上に、安価且つ安全な作業環境で水系分散液を製造し得る製造装置を提供する。

【構成】 水系分散液を形成する水、樹脂材、合成蠟、天然蠟、更に界面活性剤を入れて大気圧下で攪拌・加熱が可能で、更に密閉して加圧下で攪拌・加熱が可能な耐圧密閉容器2と、前記耐圧密閉容器2により攪拌された混合物を予備粉碎から超微粒子に粉碎する分散機11との間で循環させることにより水系分散液の製造装置1を構成した。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 水、該水に不溶であるうえに軟化点又は融点が温度100℃以上の樹脂材、合成蠟、天然蠟、界面活性剤の全て又は一部からなる混合剤を攪拌するとともに、攪拌時に大気圧又は加圧状態に制御する耐圧密閉容器と、前記混合剤を加熱する加熱手段と、前記混合剤に剪断力を付与して所望粒度に粉碎する分散機と、前記耐圧密閉容器と前記分散機との間に前記混合剤を循環させる循環経路とを備えたことを特徴とする水系分散液の製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、被膜形成に用いる水系分散液の製造装置に関するものであり、更に詳しくは水系分散液を低コスト且つ安全に製造し得るうえに安定化する際に用いて好適な製造装置に関する。

【0002】

【従来例】水系分散液は自動車用ワックスに、或いはジュース等の缶の表面に塗って防錆を行ったり、自動販売機での缶の滑りや転動を向上させるために、更には水性塗料用添加剤として防水性を出すために使用されている。このように水系分散液は多目的に使用されるものであり、自動車用ワックスを例に述べると塗装保護や艶出し、更に耐水性向上のための合成蠟や天然蠟、水と蠟とを繋いだり分散を安定化させるための界面活性剤等を含み、その製造方法も多岐に渡っている。

【0003】例えば、水に溶けない樹脂粉体を水に分散させて水系分散液を製造する方法として、ボールミルやコロイドミル更にビーズミル等の粉碎機を使って樹脂粉体や合成蠟粉体を微粒子に粉碎し、その後に界面活性剤を添加することによって分散液を製造する方法がある。しかし、これらの粉碎機による方法は、短時間の粉碎で到達できる粉碎粒度が粗いため、安定した分散液を得ることは困難である。また、時間をかければ粉体粒度をある程度まで細かくすることはできるが、この場合は時間がかかるので量産が容易ではなく、製造能率が低下して経済性が悪化するのが通例である。

【0004】一方、軟化点又は融点が100℃以下の樹脂粉体や合成蠟の水系分散液を製造する方法として、液温を樹脂や合成蠟の軟化点又は融点以上にし、樹脂や合成蠟を熔融状態にした後、剪断力を加えて樹脂粒子や合成蠟粒子を微粒子化する方法がある。この方法は、粉碎機による方法と異なり、樹脂粒子や合成蠟粒子を微細化できるので安定な分散液が得られる。しかし、軟化点又は融点が100℃以上の樹脂粉体や合成蠟の場合に、大気圧下の水の沸点以下の温度では、水の存在下で樹脂や合成蠟が液滴状態に至らないので樹脂や合成蠟を微粒化できない。安定した水系分散液を製造するには、粒子が1μm以下の微粒子である必要があり、これより大きい粒子が分散液中に含まれていると、粒子が沈殿して水と

分離するために安定した水系分散液とならない。したがって、軟化点又は融点が100℃以上の樹脂や合成蠟等を粒子成分とする安定な水系分散液は製造することができない。前記のような理由から、従来は樹脂や合成蠟を有機溶媒に溶解して分散液にするか、或いは樹脂や合成蠟を有機溶媒に溶解した後に水と界面活性剤とを添加して分散液を製造していた。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかし、有機溶媒分散液は有毒性、引火性を有しているもので、製造装置については種々の防災処置を講ずる必要があり、製造装置の構造が複雑になっていた。更に、作業員の安全対策のため作業環境等について種々の対策を講じる必要があり、これらが相まって設備費増加によるコスト高、作業効率低下等の一因になっていた。また、水にも有機溶媒にも溶けない樹脂や合成蠟の場合は、分散液にすることができない。また、有機溶媒は水のように入手容易でもなく、水に比較して高価である。水に不溶であるうえに、軟化点又は融点が水の沸点以上にある樹脂や合成蠟と天然蠟とを水に安定に分散させて水系分散液にする場合には、樹脂や合成蠟、天然蠟を例えば1μm又はそれ以下の超微粒子にまで微細化し、しかもこれらを水に効率良く分散させる必要がある。しかし、前記作用を有する分散液の製造方法及び製造装置は、提案も実施も全くされていなかった。本発明は、前記問題点を解消すべく提案されたものであり、その目的は構造が簡単であるうえに安価且つ安全な作業環境で水系分散液を製造し得る製造装置を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明に係る前記目的は、水、該水に不溶であるうえに軟化点又は融点が温度100℃以上の樹脂材、合成蠟、天然蠟、界面活性剤の全て又は一部からなる混合剤を攪拌するとともに、攪拌時に大気圧又は加圧状態に制御する耐圧密閉容器と、前記混合剤を加熱する加熱手段と、前記混合剤に剪断力を付与して所望粒度に粉碎する分散機と、前記耐圧密閉容器と前記分散機との間に前記混合剤を循環させる循環経路とを備えたことを特徴とする水系分散液の製造装置によって達成される。

【0007】

【作用】前記構成の水系分散液の製造装置にあっては、水や樹脂材、天然蠟等を前記耐圧密閉容器内に入れて大気圧下で攪拌し、これに界面活性剤を加えて前記分散機に供給し、該分散機により前記樹脂材等を予備粉碎した後に循環経路を介して前記耐圧密閉容器に供給する。そして、天然蠟等の融点温度以上に加熱しながら攪拌し、更に分散機により粉碎して均一混合物にした後、前記耐圧密閉容器に供給して密閉状態で加熱し、加圧状態で攪拌した後に分散機に供給して樹脂材等を更に粉碎する。この結果、水に不溶である上に融点や軟化点が100℃

以上の樹脂材等を界面活性剤とともに溶解して液滴に形成することができ、安定した水系分散液を得ることができる。

【0008】前記水系分散液を構成する混合剤の組み合わせは様ではなく、下記のような各種構成が可能である。

- (1) 樹脂+天然蠟+界面活性剤+水
- (2) 合成蠟+天然蠟+界面活性剤+水
- (3) 樹脂+界面活性剤+水
- (4) 合成蠟+界面活性剤+水

また、界面活性剤としては、後述する実施例中に示す脂肪酸ポリエチレングリコール以外に、グリセリン脂肪酸エステル、ソルピタン酸エステル等を適用することができる。

【0009】また、混合剤に剪断力を付与して混合剤を分散する前記分散機としては、櫛歯状に位置する固定子と回転子とにそれぞれ形成された通路に分散剤を通しながら、回転子を回転させて混合剤を分散する構成の分散機を用いることができる。このような分散機としては、例えば日鉄鉱業製の乳化分散機キャビトロンを用いることができる。また、樹脂材は分散機により粉碎されて超微粒子に形成されるのであるが、超微粒子の意味は適用する材料や薬種により相違がある。本発明は、分散液中に粒径が $1\mu\text{m}$ 以下の粒子を分散させるのに特に有効であり、そこで本実施態様及び実施例では、超微粒子とは直径 $1\mu\text{m}$ 以下の粒子を意味する。本発明により製造できる水系分散液としては、食品（ジュース類、ピクル液、調味料等）、化粧品（クリーム、乳液等）、医薬品（硫酸バリウム、注射液、シロップ、ビタミン油等）、塗料（電着塗料、コーティング材、アスファルト、有機顔料等）、燃料（COM、ボイラー用燃料等）、トイレタリー（シャンプー、リンス、合成洗剤等）が挙げられる。上記コーティング材としては、製紙、自動車、セラミックス、プラスチック等の表面に各機能の被膜を形成するものが挙げられる。また、本発明により製造できる水系分散液としてはこれらの他に、金属圧延時に用いる潤滑剤や防錆剤が挙げられる。

【0010】

【実施態様】以下、図面を参照して本発明の実施態様を説明する。図1は製造装置の構成を示す外観図、図2は製造装置の作用を示す概略構成図、図3は分散機の作用を示す要部の説明図、図4及び図5は製造工程に対応した流れを示す説明図である。

【0011】まず、図1～図3を参照して製造装置1の構成について説明する。製造装置1の構成を大別すると、耐圧密閉容器2（以下、単に容器という）と高速回転型乳化分散機11（以下、単に分散機という）とにより構成されている。容器2は水系分散液を構成する材料の攪拌、加熱、加圧を行うものである。モータ3と回転羽4とは攪拌機を構成するものであり、攪拌制御は水系

分散液の製造工程に合わせて任意に行われるようになっている。また、容器2の下部には加熱器5が設けられ、水系分散液の製造工程に合わせて任意に加熱し得ようになっている。加熱器5としては、電気式ヒータ、燃焼式ヒータ等を用いることができる。容器2には弁6が設けられ、この弁6を閉塞して加熱することにより、容器2内の圧力を高められるようになっている。容器2には圧力計7、温度計8が設けられ、水系分散液を構成する材料は、パイプ9を介して供給されるようになっている。なお、パイプ9は製造工程に合わせて、開放、閉塞に制御されるようになっている。

【0012】分散機11は、水系分散液を分散させるとともに、水系分散液に剪断力を付与して樹脂や蠟を粉碎する機能及びポンプ機能を有するものである。分散機11と前記容器2とは循環パイプ12、13を介して水系分散液を循環し得るように接続されている。分散機11は、水系分散液の分散と剪断力の付与を行う分散部21と後述するロータ22を回転駆動する駆動部31とにより構成されている。分散部21の断面構造は、図2に示すように一定間隔で櫛歯形に形成したステータ23間に櫛歯形に形成したロータ22を回転自在に設けたものである。ステータ23、ロータ22の構成を更に詳細に述べると、ステータ23は図3に示すように平面円弧状の歯23aを所定間隔G、gで環状に配列したものである。ロータ22は円板体の一側面に平面円弧状の歯22aを形成したものであり、歯22aはステータ23の半径方向の間隔G間に嵌まり込むように形成されている。なお、ロータ22の中心部は軸24に固定され、軸24の一端にはプーリ32が固定されている。そして、プーリ32と図示を省略したモータとにベルトが掛け回され、モータを駆動することによりロータ22が例えば矢印A方向に回転するようになっている。また、ステータ22はパイプ12を取り外して、扉のように開閉できる構成になっている。

【0013】前記ステータ23を構成する各歯23aの間隔gは極めて小に設定され、ロータ22を構成する各歯22aの間隔gも極めて小に設定されている。また、間隔G間にロータ22を回転自在に設けることにより、各歯22a、23aの半径方向の間隔も極めて小になる。水系分散液は、図2に示すようにパイプ12を介して分散部21の中心部に供給され、分散部21のポンプ作用により外側方向に押し出される。この際の移動形態を見ると、水系分散液は図3に示す矢印b方向に移動するのであるが、ロータ22が回転しているので、間隔gから出るときと入るときロータ22によって矢印aで示す剪断力が作用する。ステータ23及びロータ22は、中心から外側方向に向けて多層に形成され、間隔gも多数が形成されているので、剪断力は水系分散液に万偏なく作用し、水系分散液中に混合している樹脂や合成蠟等を粉碎する。樹脂や合成蠟等が粉碎された水系分散液

は、循環パイプ13を介して容器2に供給され、攪拌された後に循環パイプ12を介して再び分散部21に供給される。この際、製造工程により加圧、加熱が行われるのであるが、その詳細は製造方法とともに説明する。

【0014】次に、水系分散液の製造方法について説明する。製造方法は、前記(1)～(4)に示す材料の組合せ方により異なる。以下前記(1)の、樹脂と、天然蠟と、界面活性剤と、水とを材料とする場合の、水系分散液の製造方法を工程順に説明する。

第1工程：容器2中に水と樹脂粉体とを入れて大気圧下で攪拌し、その中に界面活性剤を加える。因みに、第1工程により処理する樹脂粉体は10mm以下のものであり、第1工程を終了した結果の樹脂粉体の粒子は2mm以下になる。

第2工程：第1工程で攪拌した混合物を循環パイプ12を介して分散機11に供給し、図2及び図3を参照して説明したロータ22を回転駆動し、樹脂粉体と水との混合物に剪断力を付与して予備的に粉碎する。因みに、第2工程後の樹脂粉体等は0.2mm以下の粒子になる。

第3工程：混合物を循環パイプ13を介して容器2に循環させ、加熱器5により天然蠟の融点以上の温度に加熱し、天然蠟を添加溶解させて混合物にする。加熱温度は、例えば70～80℃程度に設定される。

第4工程：前記混合物を循環パイプ12を介して分散機11に供給し、ロータ22を駆動して樹脂粉体を更に粉碎し、均一混合物にする。

【0015】ところで、前記第1工程～第4工程では混合物の攪拌、粉碎、加熱は大気圧下で行われ、加圧は行われていない。従って、第1工程～第4工程は図2について説明した構成の一部の機能を使用して行われていることになり、これを機能に基づいて示すと図4に示ようになる。即ち、容器2により攪拌されされた混合物が循環パイプ12を介して分散機11に供給され、予備粉碎が行われた後に循環パイプ13を介して容器2に供給され、加熱と攪拌が行われた後に分散機11に供給される。この結果、混合物は図4に矢印Bで示すように容器2と分散機11間を循環し、樹脂粉体等の粉碎と攪拌が繰り返し行われて均一混合物になる。前記第4工程に続いて下記に示す第5工程が行われる。

【0016】第5工程：混合物を容器2に供給するとともに、弁6を閉じて更に加熱することによって水の沸点を樹脂粉体や天然蠟の軟化点又は沸点以上に上げ、樹脂粉体や天然蠟は液滴状態になる。この状態で更に分散機11に循環させることにより樹脂粉体や天然蠟が1μm以下の超微粒子に微粒化される。なお、第5工程も図2に示した製造装置により行われるのであるが、この場合は加圧が行われる。従って、第5工程を行う機能に基づけば図5に示すようになり、圧力計7と温度計8とにより監視された容器2と分散機11との間に混合物を循環させて、樹脂粉体や天然蠟の粉碎と攪拌とを行うことに

なる。第5工程までにより、生成した樹脂や天然蠟の粒子表面は界面活性剤分子で被覆されて分散状態になり、安定な水系分散液を得ることができる。上記方法は、樹脂と、天然蠟と、界面活性剤と、水とを材料とする場合であるが、前記(2)に示すような樹脂に代えて合成蠟を用いる場合も同じ方法で製造できる。また、前記

(3)及び(4)に示すような、天然蠟を材料として用いない場合は、第3工程を省略して製造すればよい。上記実施態様は、容器2が大気圧力下及び高圧力下での使用を兼ねる構成であるが、大気圧力下で使用する容器と高圧力下で使用する容器とを別々に備え、これらと分散機11とを適正に循環パイプで連結する構成でもよい。

【0017】

【実施例】前記容器2として、攪拌機を備えた内容量40lの蓋付き耐圧容器(圧力計、温度計付き)を用意し、その下に前記加熱器5としてガス燃焼式加熱装置を配備した。そして、容器2と循環結合される分散機11として日鉄鉱業製の乳化分散機キャビトン1010型(スリット幅0.6mm、回転数9500rpm、モータ5.5kw)を適用し、容器2と分散機11との間をフレキシブルチューブで循環結合した。

【0018】第1工程：容器2の弁6を開いて大気圧状態にし、水6.75リットル、軟化点130℃、粒度2mm以下のスチレンアクリル樹脂粉体1.0kgを投入し、50℃に加熱しながら攪拌した。ここへ、50℃に加熱した脂肪酸ポリエチレングリコール系界面活性剤0.25kgを添加した。

第2工程：前記混合物を分散機11に供給し、流量5リットル/分で7分間循環処理して樹脂を0.2mm以下に予備粉碎した。

第3工程：予備粉碎した混合物を容器2に循環させ、更に加熱して温度を90℃に上げた状態で天然蠟1.0kgを加えた。

第4工程：これを更に分散機11に循環し、流量5リットル/分で3分間循環処理して均一混合物とした。

第5工程：容器2の弁6を閉じて密閉型にし、加熱を続けて圧力3kgf/cm²G、温度134℃に到達した時点で混合物を分散機11に通し、流量5リットル/分で10分間循環処理した。

【0019】以上の工程により作った水系分散液を常温まで冷却し、光学顕微鏡で観察したところ、粒子は直径1～2μmの球状になっておりブラウン運動が確認され、安定した水系分散液を形成していた。本実施例によれば、安価な上に供給の容易な材料で水系分散液を製造することができる。また、有毒性や引火性のある有機溶媒を用いないので、安全性が向上するうえに大気汚染が無い等の労働衛生上好ましい効果を奏する。なお、実施例では分散機11として日鉄鉱業製の乳化分散機キャビトンを使用した。

【0020】

7

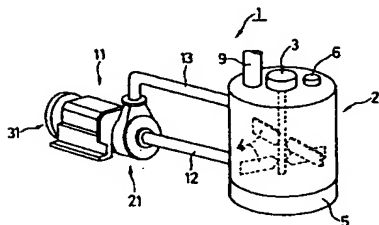
【発明の効果】以上に説明したように、本発明に係る水系分散液の製造装置は、水系分散液を形成する水、樹脂材、合成蠟や天然蠟、更に界面活性剤を入れて大気圧下で攪拌、加熱し、更に密閉して加圧下で攪拌し加熱する機能を有する耐圧密閉容器と、前記耐圧密閉容器により攪拌された混合物を予備粉碎から超微粒子に粉碎する分散機とを設けたものである。水系分散液は、耐圧密閉容器と前記分散機との間を循環する際に、攪拌、加熱、加圧下の攪拌と加熱、更に分散機による粉碎の繰り返しにより形成され、水、界面活性剤と微粒子化された樹脂材とが液滴として安定した水系分散液が得られる。水系分散液は入手が容易であるうえに安価な水を用いて形成され、しかも装置が簡単であることから、水系分散液を安価に製造することができる。また、引火性のある有機溶剤等が一切不要であることから、特別な防災処置も不要であり、毒性もないので作業員に危険を及ぼすことがなく、環境汚染等の恐れもない。

【図面の簡単な説明】

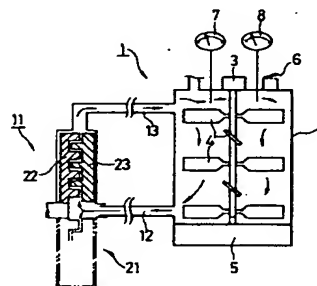
【図 1】本発明の実施態様を示す製造装置の外観図である。

【図 2】水系分散液の製造を示す製造装置の模式的構成図である。

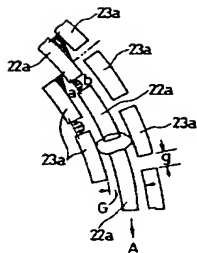
【図 1】



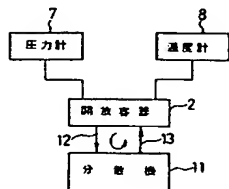
【図 2】



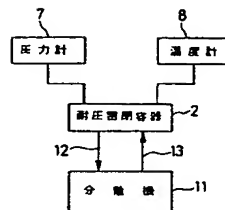
【図 3】



【図 4】



【図 5】



8

【図 3】分散機的作用を示す要部の説明図である。

【図 4】製造工程の流れに対応した構成を示す説明図である。

【図 5】製造工程の他の流れに対応した構成を示す説明図である。

【符号の説明】

- 1 製造装置
- 2 耐圧密閉容器
- 3 モータ
- 4 回転羽
- 5 加熱器
- 6 弁
- 7 圧力計
- 8 温度計
- 11 分散機
- 12、13 循環パイプ
- 21 分散部
- 22 ロータ
- 23 ステータ
- 24 軸止爪
- 31 駆動部
- 32 プーリ

フロントページの続き

(72)発明者 久松 皓二
神奈川県横浜市西区南浅間町1番地の1
横浜油脂工業株式会社内

(72)発明者 鈴木 信吉
神奈川県横浜市西区南浅間町1番地の1
横浜油脂工業株式会社内
(72)発明者 小林 英幸
東京都新宿区新宿2丁目8番18号 株式会
社ユーロテック内